

DEVICE AND METHOD FOR PRODUCING STATIONARY MULTI-COMPONENT LIQUID CAPILLARY STREAMS AND MICROMETRIC AND NANOMETRIC SIZED CAPSULES

Publication number: ES2180405

Publication date: 2003-02-01

Inventor: BARRERO RIPOLL ANTONIO (ES); GANAN CALVO ALFONSO (ES); GONZALEZ LOSCERTALES IGNACIO (ES); MARQUEZ SANCHEZ MANUEL (ES)

Applicant: UNIV SEVILLA (ES); UNIV MALAGA

Classification:

- **international:** A23L1/00; A23L1/22; A23L1/30; A23P1/04; B01J13/04; A23L1/00; A23L1/22; A23L1/30; A23P1/04; B01J13/04; (IPC1-7): B05B5/16; B01J13/04; B05B1/06; B05B7/06; B05B7/08

- **europen:** A23L1/00P4; A23L1/22; A23L1/30; A23P1/04; B01J13/04

Application number: ES20010000231 20010131

Priority number(s): ES20010000231.20010131

Also published as:

EP1364718 (A1)
WO02060591 (A1)
WO02060275 (A1)
EP1355537 (A1)
US2004069632 (A1)

[more >>](#)

[Report a data error here](#)

Abstract not available for ES2180405

Abstract of corresponding document: **EP1364718**

The present invention is related to the production of capsules or particles of micro and nanometric size, for introduction into food, using stable electrified coaxial jets of two immiscible liquids with diameters in the micro and nanometric range. An aerosol of charged structured droplets forms when the jets dissociate by capillary instabilities. The structured droplets, which are mono-dispersed in size, contain a first liquid (generally the material desired to be added) that is surrounded by a second liquid. Generally the second liquid provides a barrier or protective coating which allows the addition of the first liquid to a food product without adversely affecting the organoleptic or other properties of the food product.

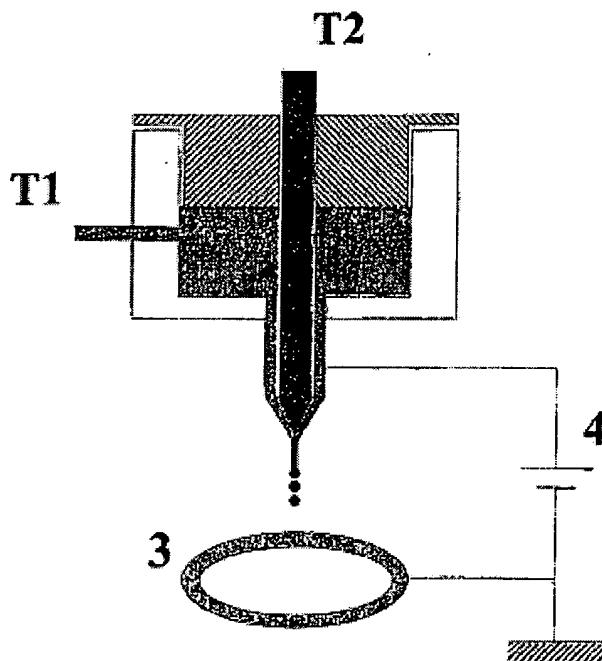


Figure 1

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



⑪ Número de publicación: 2 180 405

⑫ Número de solicitud: 200100231

⑬ Int. Cl. 7: B05B 5/16

B05B 1/06

B05B 7/06

B05B 7/08

B01J 13/04

⑭

SOLICITUD DE PATENTE

A1

⑮ Fecha de presentación: 31.01.2001

⑯ Solicitante/s: UNIVERSIDAD DE SEVILLA
C/ Valparaíso, 5, 2^a planta
41013 Sevilla, ES
UNIVERSIDAD DE MÁLAGA

⑰ Fecha de publicación de la solicitud: 01.02.2003

⑰ Inventor/es: Barrero Ripoll, Antonio;
Gañán Calvo, Alfonso;
González Loscertales, Ignacio;
Cortijo Bon, Raúl y
Márquez Sánchez, Manuel

⑰ Fecha de publicación del folleto de la solicitud:
01.02.2003

⑯ Agente: No consta

⑲ Título: **Dispositivo y procedimiento para producir chorros líquidos compuestos multicomponentes estacionarios y cápsulas multicomponente y/o multicapa de tamaño micro y nanométrico.**

⑳ Resumen:

Dispositivo y procedimiento para producir chorros líquidos compuestos multicomponentes estacionarios y cápsulas multicomponente y/o multicapa de tamaño micro y nanométrico.

Esta invención describe un dispositivo y procedimiento para generar chorros líquidos capilares compuestos multi-componentes de líquidos inmiscibles cuyos diámetros pueden variar desde unas decenas de nanómetros hasta cientos de micras, así como un aerosol relativamente monodisperso de gotas multicomponentes, cargadas eléctricamente, generadas mediante la rotura por inestabilidades capilares de los chorros compuestos.

Dichos líquidos inmiscibles fluyen a través de agujas metálicas conectadas a fuentes de alto voltaje, de forma que una de las agujas contiene en su interior a las demás, pudiendo o no situarse concéntricamente entre sí. Las fuerzas eléctricas extrusionan los chorros hasta conseguir diámetros desde 100 micras hasta pocos nanómetros.

Esta invención tiene aplicación a campos en los que la generación y manipulación controlada de chorros estructurados de tamaño micro y nanométrico sea parte esencial del proceso

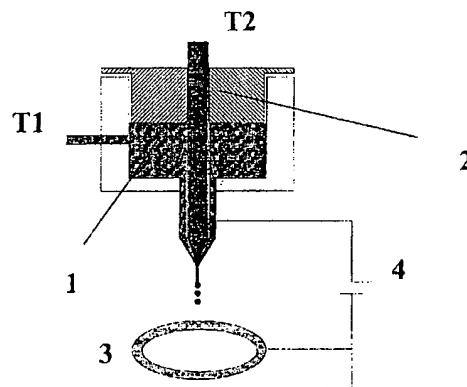


FIG. 1

DESCRIPCION

Dispositivo y procedimiento para producir chorros líquidos compuestos multicomponentes estacionarios y cápsulas multicomponente y/o multicapa de tamaño micro y nanométrico.

Objeto de la invención

El presente invento describe un procedimiento para generar chorros líquidos capilares compuestos multi-componentes de líquidos inmiscibles cuyos diámetros pueden variar desde unas decenas de nanómetros hasta cientos de micras, así como un aerosol relativamente monodisperso de gotas multicomponentes de tamaño micro y/o nanométrico, cargadas eléctricamente, generadas a partir de la rotura por inestabilidades capilares de los chorros compuestos.

Dichos líquidos inmiscibles fluyen, a caudales apropiados, a través de agujas metálicas conectadas a fuentes de alto voltaje.

Las agujas se disponen de modo que una de las agujas contiene en su interior al resto de agujas, pudiendo o no situarse concéntricamente entre sí. Las fuerzas eléctricas pueden extrusionar los chorros hasta conseguir diámetros en un rango desde 100 micras hasta unos pocos nanómetros.

El dispositivo y procedimiento objetos de la presente invención son aplicables a campos como la Ciencia de Materiales y la Tecnología de Alimentos, donde la generación y manipulación controlada de chorros estructurados de tamaño micro o nanométrico sea una parte esencial del proceso.

Estado de la técnica

De entre los muchos procedimientos habitualmente usados para producir chorros líquidos estacionarios y aerosoles, esta invención utiliza fuerzas electrohidrodinámicas (EHD) para extrusinar y atomizar un chorro líquido. Bajo unas condiciones de operación apropiadas, un caudal de líquido se emite en forma de micro chorro desde la punta de un cono de Taylor. La rotura de dicho chorro produce una niebla de gotas cargadas denominada electrospray. Esta configuración se suele denominar electrospray en modo cono-chorro (M. Cloupeau and B. Prunet-Foch, *J. Electrostatics*, 22, 135-159, 1992). Las leyes de escala de la corriente emitida y del tamaño de las gotas de este tipo de electrospray está bien descrita en la literatura (J. Fernández de la Mora & I. G. Loscertales, *J. Fluid Mech.* 260, 155-184, 1994; A.M. Gañán-Calvo, J. Dávila & A. Barrero, *J. Aerosol Sci.*, 28, 249-275, 1997, A. M. Gañán-Calvo, *Phys. Rev. Lett.* 79, 217-220, 1997; R.P.A. Hartman, D.J. Brunner, D.M.A. Camelot, J.C.M. Marignissen, & B. Scarlett, *J. Aerosol Sci.* 30., 823-849, 1999). En particular, es bien conocida la habilidad de este proceso para generar chorros líquidos estacionarios y aerosoles monodispersos en un rango de tamaños que comprende desde pocos nanómetros hasta cientos de micras (I.G. Loscertales & J. Fernández de la Mora, *J. Chem. Phys.* 103, 5041-5060, 1995.). Sin embargo, todos los resultados referentes al electrospray se restringen al uso de un único líquido o solución para formar el cono de Taylor, excepto en el procedimiento descrito en la patente US5122670 (y subsecuentes: US4977785, US4885076, US575183). En dicha patente, "Multilayer flow electrospray ion source

using improved sheath liquid (1991)", dos o más líquidos miscibles se inyectan y mezclan en el cono de Taylor, con el propósito de mejorar la transmisión de iones, la estabilidad y la sensibilidad de un espectrómetro de masa.

La novedosa aportación de la presente invención radica en el uso de líquidos inmiscibles (o pobremente miscibles) para formar, mediante EHD, un cono de Taylor estructurado rodeado de una atmósfera dielectrica (gas, líquido o vacío), tal y como se muestra en la figura 1. El chorro micro/nanométrico estructurado y altamente cargado que se emite desde el vértice del cono de Taylor finalmente se rompe formando un spray de gotas multicapa monodispersas micro/nanométricas estructuradas altamente cargadas. Con el término "chorro micro/nanométrico estructurado" nos referimos a un chorro casi cilíndrico compuesto de capas aproximadamente concéntricas de líquidos inmiscibles, cuyo diámetro exterior varía entre 50 micras y unos pocos nanómetros. Con el término "spray de gotas multicapa monodispersas micro/nanométricas estructuradas altamente cargadas" nos referimos a partículas con carga neta, formadas por capas de diferentes líquidos o por una capa exterior del líquido que se inyecta por el exterior y un corazón de una emulsión. El diámetro externo de dicha partícula puede variar entre 50 micras y unos pocos nanómetros.

Una ventaja de esta invención reside en que las partículas multicapa que se forman tienen un tamaño uniforme, y que dicho tamaño puede variarse fácilmente desde decenas de micras hasta unos pocos nanómetros, dependiendo de las propiedades de los líquidos y los caudales inyectados.

Otra ventaja del invento emana del hecho de que la rotura del chorro micro/nanométrico estructurado produce gotas multicapa micro/nanométricas estructuradas. En algunas aplicaciones, el líquido exterior es una solución que contiene monómeros, los cuales polimerizan bajo una excitación apropiada para producir cápsulas micro/nanométricas.

En casos en que se requieran gotas neutras, el aerosol puede neutralizarse, por ejemplo, mediante una descarga de corona.

Explicación de la invención

La presente invención tiene por objeto el dispositivo y el procedimiento para producir chorros líquidos compuestos multi-componentes estacionarios y cápsulas multicomponente y/o multicapa de tamaño micro y nanométrico.

El dispositivo consta de un número de puntas de alimentación N, siendo N un número entero superior a 2 y que puede alcanzar e incluso superar la decena. Por cada punta de alimentación i-ésima fluye un caudal Q_i de un líquido i-ésimo, siendo i un valor entero entre 1 y N. Dichas puntas de alimentación están conectadas a un potencial eléctrico V_i respecto a un electrodo de referencia, y dispuestas de forma que el líquido (i-1)-ésimo rodea la punta de alimentación i-ésima. Además el líquido i-ésimo que circula por la punta de alimentación i-ésima es inmiscible o pobremente miscible con los líquidos (i+1)-ésimo e (i-1)-ésimo. A la salida de las puntas de alimentación se forma un menisco capilar líquido electrificado con una forma sensiblemente cónica y

de cuyo vértice se emite un chorro capilar estacionario formado por los N líquidos, de tal forma que el líquido i-ésimo rodea al líquido (i+1)-ésimo. Además el chorro capilar tiene un diámetro comprendido entre 100 micras y 15 nanómetros que es menor que el diámetro característico del menisco líquido electrificado del cual emana.

El dispositivo también puede disponerse exigiendo sólo que el líquido externo rodee todas las puntas de alimentación. En este caso se forma un menisco capilar electrificado de forma sensiblemente cónica y de cuyo vértice se emite un chorro capilar estacionario formado por los N líquidos, de forma que el líquido número 1 rodea al resto de los líquidos.

Las N puntas de alimentación del dispositivo han de tener diámetros comprendidos entre 0,01 mm y 5 mm.

Si las N puntas se disponen concéntricamente y d_i y, D_i representan los diámetros interior y exterior de la punta i-ésima, $e_i = (D_i - d_i)/2$ su espesor de pared, y j_i el juego entre las puntas i-ésima e (i+1)-ésima, la compatibilidad geométrica requiere el cumplimiento de (N-1) ecuaciones de la forma:

$$D_{(i+1)-2}e_{(i+1)} = d_{(i+1)} = d_i + 2e_i + 2j_i = D_i + 2j_i$$

donde el entero i varía entre 1 (punta más interior) y (N-1).

Por ejemplo, en el caso particular de $N=4$, se debe satisfacer:

$$d_2 = D_1 + 2j_1, \quad d_3 = D_2 + 2j_2, \quad d_4 = D_3 + 2j_3$$

Si $D_1 = 150 \mu\text{m}$, y las puntas se disponen con igual juego entre ellas y tal que $j_i = 25 \mu\text{m}$, y el espesor de pared de las cuatro puntas es también igual y de valor $e_i = 50 \mu\text{m}$, entonces:

$$d_2 = 200 \mu\text{m}, \quad D_2 = 300 \mu\text{m}, \quad d_3 = 350 \mu\text{m}, \\ D_3 = 450 \mu\text{m}, \quad d_4 = 500 \mu\text{m} \quad y \quad D_4 = 600 \mu\text{m}.$$

Dado que el diámetro máximo de las puntas es de $5000 \mu\text{m}$, se puede fácilmente alcanzar e incluso superar la decena de puntas.

Por otra parte, si la disposición es tal que una de las puntas rodea a las (N-1) restantes, la compatibilidad geométrica requiere que:

$$d_n^2 = \sum_{i=1}^{N-1} D_i^2$$

El caudal de alimentación del líquido que fluye por la punta de alimentación más externa está comprendido entre $10^{-15} \text{ m}^3/\text{s}$ y $10^{-7} \text{ m}^3/\text{s}$, y los caudales de alimentación de los líquidos que fluyen por las puntas de alimentación internas están comprendidos entre $10^{-15} \text{ m}^3/\text{s}$ y $10^{-7} \text{ m}^3/\text{s}$.

Cuando la distancia entre la punta de alimentación y el electrodo de referencia está comprendida entre 0,01 mm y 5 cm, el potencial eléctrico aplicado ha de estar comprendido entre 10 V y 30 KV.

En el caso particular en el que $N=2$, el dispositivo objeto de la invención consta de:

- una punta de alimentación T1 por la cual fluye un caudal Q1 de un líquido número 1 y conectada a un potencial eléctrico V1.

b) una punta de alimentación T2 por la cual fluye un caudal Q2 de un líquido número 2 y conectada a un potencial eléctrico V2

5 dispuestas de tal forma que la punta de alimentación T2 está rodeada por el líquido número 1 y los potenciales VI y V2 son valores diferenciales respecto a un electrodo conectado a un potencial de referencia. Los líquido números 1 y 2 son inmiscibles o pobemente inmiscibles. En la salida de las puntas de alimentación se forma un menisco capilar líquido electrificado de forma sensiblemente cónica y de su vértice se emite un chorro capilar estacionario formado por los líquido números 1 y 2, de forma que el líquido número 1 rodea completamente al líquido número 2. Dicho chorro capilar tiene un diámetro comprendido entre 100 micras y 15 nanómetros que es menor que el diámetro característico del menisco líquido electrificado del cual emana.

El procedimiento objeto de la invención va a producir chorros líquidos estacionarios y cápsulas de tamaño micro y nanométrico haciendo fluir N caudales Q1 de líquidos i-ésimos por cada una de las N puntas de alimentación del dispositivo anteriormente descrito de forma que el líquido i-ésimo que circula por la punta de alimentación i-ésima, rodea la punta de alimentación (i+1)-ésima, y es inmiscible o pobemente inmiscible con los líquidos (i+1)-ésimo e (i-1)-ésimo. A la salida de las puntas de alimentación se forma un menisco capilar líquido electrificado con una forma sensiblemente cónica y de cuyo vértice se emite un chorro capilar estacionario formado por los N líquidos, de tal forma que el líquido i-ésimo rodea al líquido (i+1)-ésimo. Dicho chorro capilar tiene un diámetro comprendido entre 100 micras y 15 nanómetros que es menor que el diámetro característico del menisco líquido electrificado del cual emana. Al producirse espontáneamente la ruptura del chorro se forman cápsulas multicapa de tamaño comprendido entre 100 micras y 15 nanómetros.

Este procedimiento puede realizarse exigiendo sólo que el líquido externo rodee todas las puntas de alimentación. En este caso se forma un menisco capilar electrificado de forma sensiblemente cónica y de cuyo vértice se emite un chorro capilar estacionario formado por los N líquidos, de forma que el líquido número 1 rodea al resto de los líquidos.

Por último, son objeto de la presente invención las cápsulas multicomponente y/o multicapa de tamaño micro y nanométrico formadas espontáneamente por la ruptura del chorro capilar que se forma utilizando el dispositivo y procedimiento mencionados.

Breve descripción de la figura

Figura 1: Esquema del dispositivo empleado para producir chorros líquidos compuestos de tamaños micro y nanométrico.

Descripción detallada de la invención

A continuación se describen dos posibles configuraciones que permiten la generación de un flujo de dos líquidos inmiscibles que resulta, por la acción única de fuerzas electrohidrodinámicas, en la formación de un chorro capilar micro/nanométrico estructurado. Este chorro micro/nanométrico estructurado está inmerso en una atmósfera die-

léctrica (inmiscible con el líquido más exterior que forma el chorro) que podría ser un gas, líquido o vacío.

El aparato básico utilizado en ambas configuraciones consiste en: (a) un medio para suministrar un primer líquido número 1 a través de un tubo metálico T1, cuyos diámetros exterior e interior son aproximadamente 1 y 0,7 mm respectivamente. (b) Un medio para suministrar un segundo líquido número 2, inmiscible con el líquido número 1, a través de un tubo metálico T2, cuyo diámetro exterior es menor que el diámetro interior de T1. En este caso, T2 está situado concéntricamente en el interior de T1. El extremo de los tubos no tiene por qué situarse en la misma posición axial, (c) Un electrodo de referencia (3), como por ejemplo un anillo metálico, situado unos 8 mm enfrente del extremo de T2; el orificio del anillo está alineado con el eje de T1. (d) Una fuente de alto voltaje (4), con uno de los polos conectado a T1 y el otro conectado al electrodo de referencia. T1 y T2 pueden no estar conectados al mismo potencial eléctrico. Todos los componentes se encuentran inmersos en una atmósfera dieléctrica que puede ser un gas, un líquido inmiscible con el líquido número 1, o el vacío. Parte del aerosol generado, o incluso el chorro estructurado, puede extraerse a través del orificio en el electrodo (3) para su posterior procesado o caracterización.

Las fuerzas EHD necesitan actuar al menos sobre uno de los dos líquidos, aunque pueden hacerlo sobre los dos. Denominamos *líquido motor* aquél sobre el que las fuerzas EHD actúan para formar el cono de Taylor. En la primera configuración, el *líquido motor* fluye a través del espacio anular entre T1 y T2 mientras que en la segunda configuración el *líquido motor* fluye a través de T2 y el segundo líquido fluye a través del espacio anular entre T1 y T2. En cualquier caso, es necesario que la conductividad eléctrica del "líquido motor" sea lo suficientemente elevada como para permitir la formación del cono de Taylor.

Refiriéndonos a la configuración primera, cuando se aplica una diferencia de potencial eléctrico suficientemente elevada entre T1 y (3), el líquido número 1 (*líquido motor*) puede desarrollar un cono de Taylor, desde cuyo vértice se emite un chorro micro/nanométrico estacionario cargado (modo cono-chorro estacionario). La forma cónica característica del menisco es debida a un balance entre las fuerzas de tensión superficial y las fuerzas eléctricas que actúan simultáneamente sobre la superficie del menisco. El movimiento del líquido es causado por el esfuerzo tangencial eléctrico que actúa sobre la superficie del menisco, tirando del líquido hacia la punta del cono de Taylor. En cierto punto, el equilibrio mecánico anteriormente descrito deja de satisfacerse, por lo que la superficie del menisco cambia de cónica a cilíndrica. Las razones de esta pérdida de equilibrio pueden ser debidas, dependiendo del régimen de operación, a la importancia de la energía emética del líquido o al valor finito de su conductividad eléctrica. El líquido eyectado, debido a fuerzas EHD, debe ser continuamente reemplazado mediante la inyección apropiada de líquido número 1 a través de T1 para poder conseguir un estado

estacionario sea Q1 el caudal suministrado a T1. La estabilidad de este estado precursor puede caracterizarse mediante la monitorización de la corriente eléctrica I transportada por el chorro y el aerosol que es recogido en (3). Dependiendo de las propiedades del líquido número 1 y de Q1, el movimiento del líquido número 1 en el interior del cono de Taylor puede estar dominado por la viscosidad, en cuyo caso la velocidad del líquido en cualquier punto del interior del cono de Taylor está predominantemente dirigida hacia la punta del cono. De lo contrario, el flujo en el interior del cono puede exhibir fuertes recirculaciones, que deben de evitarse para producir un chorro micro/nanométrico estructurado. En el supuesto de que el flujo esté dominado por la viscosidad, entonces se está en condiciones de formar un chorro micro/nanométrico estructurado. Para ello se debe suministrar líquido número 2 de forma continua a través de T2. El menisco de líquido número 2, que se forma en el interior del cono de Taylor desarrollado por el líquido número 1, es succionado hacia la punta del cono por la acción del movimiento de 1. Bajo ciertas condiciones de operación, que dependen de las propiedades de ambos líquidos (y de las propiedades líquido número 1-líquido número 2), el menisco del líquido número 2 puede desarrollar una punta cónica desde la que el movimiento del líquido número 1 es capaz de extraer un chorro micro/nanométrico. En esta situación, pueden existir regímenes en los que el chorro del líquido número 2 fluye concéntricamente por el interior del chorro del líquido número 1. De nuevo, el líquido número 2 debe ser suministrarse de forma continua a T2 (digamos a un caudal Q2) para conseguir un régimen estacionario.

Cuando el dispositivo opera en la configuración segunda el proceso es enteramente similar salvo que, en este caso, el movimiento del *líquido motor* no necesita estar dominado por la viscosidad.

Nuestros experimentos indican que la formación de chorros líquidos concéntricos requiere que los valores de las tensiones superficiales de los diferentes pares de fluidos que aparecen en el problema satisfagan la desigualdad $\sigma_{ai} - \sigma_{ao} > \sigma_{oi}$, donde σ_{ai} es la tensión superficial del líquido número 2 y la atmósfera dieléctrica, σ_{ao} es la tensión superficial del líquido número 1 y la atmósfera dieléctrica, y σ_{oi} es la tensión superficial líquido número 1-líquido número 2, respectivamente.

Para dar una idea de los valores típicos de los diferentes parámetros que aparecen en el proceso, la siguiente tabla recoge medidas experimentales de la corriente eléctrica transportada por el chorro para diferentes valores de caudal del líquido interior y un caudal fijo de líquido exterior.

$$Q1 = 50 \mu\text{l}/\text{min}$$

Q2 ($\mu\text{l}/\text{min}$)	0.67	0.83	1.17	1.50	1.84	2.17
I ($\mu\text{Amp.}$)	1.1	1.3	1.5	1.7	1.9	2.0

Nótese que en este ejemplo, que corresponde al caso en el que Q1 es mucho mayor que Q2, el valor de la corriente I sigue la conocida ley $I \propto (Q2)^{1/2}$ del electrospray.

Para la producción de cápsulas multicapa nanométricas mediante el procedimiento de la inyección se puede usar un fotopolímero como líquido exterior. En efecto, la rotura del chorro estructurado por acción de inestabilidades capila-

res da lugar a la formación de un aerosol de gotas estructuradas que, bajo la acción de una fuente de luz ultravioleta, logran encapsular al líquido interior.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo para producir chorros líquidos compuestos multi-componentes estacionarios y cápsulas multicomponente y/o multicapa de tamaño micro y nanométrico, consistente en un número N de puntas de alimentación de N líquidos, tales que por cada punta de alimentación i-ésima fluye un caudal Qi de un líquido i-ésimo, siendo i un valor entre 1 y N, donde dichas puntas de alimentación están dispuestas de tal forma que el líquido (i-1)-ésimo rodea la punta de alimentación i-ésima y están cada una de dichas puntas de alimentación conectadas a un potencial eléctrico Vi respecto a un electrodo de referencia, **caracterizado** porque el líquido i-ésimo que circula por la punta de alimentación i-ésima es inmiscible o pobremente miscible con los líquidos (i+1)-ésimo e (i-1)-ésimo, formándose a la salida de las puntas de alimentación un menisco capilar líquido electrificado con una forma sensiblemente cónica y de cuyo vértice se emite un chorro capilar estacionario formado por los N líquidos, de tal forma que el líquido (i-1)-ésimo rodea al líquido i-ésimo y tal que dicho chorro capilar tiene un diámetro comprendido entre 100 micras y 15 nanómetros que es menor que el diámetro característico del menisco líquido electrificado del cual emana.

2. Dispositivo para producir chorros líquidos compuestos multi-componentes estacionarios y cápsulas multicomponente y/o multicapa de tamaño micro y nanométrico, tal que se presenta un número N de puntas de alimentación de N líquidos, tales que por cada punta de alimentación i-ésima fluye un caudal Qi de un líquido i-ésimo, donde dichas puntas de alimentación están dispuestas de tal forma que el líquido 1 rodea al resto de puntas de alimentación, tales que el líquido i-ésimo es inmiscible o pobremente miscible con el líquido 1, tales que cada punta de alimentación está conectada a un potencial eléctrico Vi, donde i varía de 1 a N, respecto a un electrodo de referencia, tales que se forma un menisco capilar líquido electrificado con una forma sensiblemente cónica y de cuyo vértice se emite un chorro capilar estacionario formado por los N líquidos, de tal manera que el líquido 1 rodea al resto de líquidos, y tal que dicho chorro capilar tiene un diámetro comprendido entre 100 micras y 15 nanómetros que es menor que el diámetro característico del menisco líquido electrificado del cual emana.

3. Dispositivos para producir chorros líquidos compuestos multi-componentes estacionarios y cápsulas multicomponente y/o multicapa de tamaño micro y nanométrico según las reivindicaciones 1 y 2, **caracterizados** porque las N puntas de alimentación tienen diámetros comprendidos entre 0,01 mm y 5 mm.

4. Dispositivos para producir chorros líquidos compuestos multi-componentes estacionarios y cápsulas multicomponente y/o multicapa de tamaño micro y nanométrico según las reivindicaciones 1-3, **caracterizados** porque el caudal de alimentación del líquido que fluye por la punta de alimentación más externa esta comprendido entre $10^{-15} \text{ m}^3/\text{s}$ y $10^{-7} \text{ m}^3/\text{s}$, y porque los caudales de alimentación de los líquidos que fluyen por las

puntas de alimentación internas están comprendidos entre $10^{-15} \text{ m}^3/\text{s}$ y $10^{-7} \text{ m}^3/\text{s}$.

5. Dispositivos para producir chorros líquidos compuestos multi-componentes estacionarios y cápsulas multicomponente y/o multicapa de tamaño micro y nanométrico según las reivindicaciones 1-4, **caracterizados** porque para una distancia entre la punta de alimentación y el electrodo de referencia comprendida entre 0,01 mm y 5 cm, el potencial eléctrico aplicado está comprendido entre 10 V y 30 KV.

6. Dispositivo para producir chorros líquidos compuestos multi-componentes estacionarios y cápsulas multicomponente y/o multicapa de tamaño micro y nanométrico según las reivindicaciones 1-5, siendo el número de puntas de alimentación N=2 y conteniendo el dispositivo:

a) una punta de alimentación T1 por la cual fluye un caudal Q1 de un líquido 1 y conectada a un potencial eléctrico V1.

b) una punta de alimentación T2 por la cual fluye un caudal Q2 de un líquido 2 y conectada a un potencial eléctrico V2

tales que la punta de alimentación T2 está rodeada por el líquido 1 y los potenciales V1 y V2 son valores diferenciales respecto a un electrodo conectado a un potencial de referencia y **caracterizado** porque los líquidos 1 y 2 son inmiscibles o pobremente miscibles formándose en la salida de las puntas de alimentación un menisco capilar líquido electrificado con una forma sensiblemente cónica y de cuyo vértice se emite un chorro capilar estacionario formado por ambos líquidos 1 y 2, tal que el líquido 1 rodea completamente al líquido 2 y tal que dicho chorro capilar tiene un diámetro comprendido entre 100 micras y 15 nanómetros que es menor que el diámetro característico del menisco líquido electrificado del cual emana.

7. Procedimiento para producir chorros líquidos compuestos multi-componentes estacionarios y cápsulas multicomponente y/o multicapa de tamaño micro y nanométrico mediante un dispositivo según las reivindicaciones 1, 3, 4, 5 consistente en hacer fluir caudales Qi de líquidos i-ésimos por cada una de N puntas de alimentación, siendo 1 un valor entre 1 y N y estando cada una de las puntas de alimentación conectada a un potencial Vi, **caracterizado** porque el líquido i-ésimo que circula por la punta de alimentación i-ésima es inmiscible o pobremente miscible con los líquidos (i+1)-ésimo e (i-1)-ésimo, formándose en la salida de las puntas de alimentación un menisco capilar líquido electrificado con una forma sensiblemente cónica y de cuyo vértice se emite un chorro capilar estacionario formado por los N líquidos, de tal forma que el líquido (i-1)-ésimo rodea completamente al líquido i-ésimo y tal que dicho chorro capilar tiene un diámetro comprendido entre 100 micras y 15 nanómetros que es menor que el diámetro característico del menisco líquido electrificado del cual emana, produciéndose espontáneamente la ruptura del chorro dando lugar a la formación de cápsulas de tamaño comprendido entre 100 micras y 15 nanómetros.

8. Procedimiento para producir chorros líqui-

dos compuestos multi-componentes estacionarios y cápsulas multicomponente y/o multicapa de tamaño micro y nanométrico mediante un dispositivo según las reivindicaciones 2, 3, 4 y 5 consistente en hacer fluir caudales Qi de líquidos i-ésimos por cada una de N puntas de alimentación, siendo i un valor entre 1 y N y, estando cada una de las puntas de alimentación conectada a un potencial Vi, caracterizado porque el líquido 1 que circula por la punta de alimentación 1 es inmiscible o pobemente miscible con el resto de los líquidos, formándose en la salida de las puntas de alimentación un menisco capilar líquido electrificado con una forma sensiblemente cónica y de cuyo vértice se emite un chorro capilar estaciona-

rio formado por los N líquidos, de tal forma que el líquido 1 rodea a cada uno de los restantes líquidos, y tal que dicho chorro capilar tiene un diámetro comprendido entre 100 micras y 15 nanómetros que es menor que el diámetro característico del menisco líquido electrificado del cual emana, produciéndose espontáneamente la ruptura del chorro dando lugar a la formación de cápsulas de tamaño comprendido entre 100 micras y 15 nanómetros.

9. Cápsulas multicomponente y/o multicapa de tamaño comprendido entre 1000 micras y 15 nanómetros, resultantes de la ruptura del chorro obtenido mediante los procedimientos según las reivindicaciones 7 y 8.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

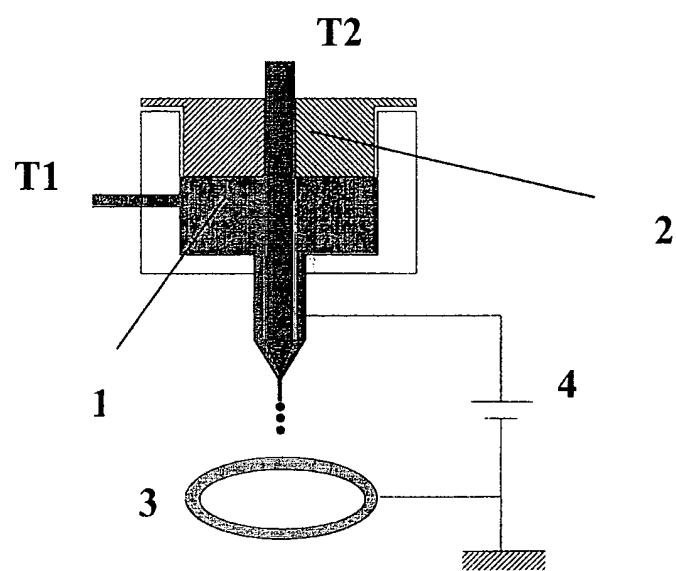


FIG. 1



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA

⑪ ES 2 180 405

⑯ N.º solicitud: 200100231

⑰ Fecha de presentación de la solicitud: 31.01.2001

⑲ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑮ Int. Cl.⁷: B05B 5/16, 1/06, 7/06, 7/08, B01J 13/04

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	WO 9930832 A1 (UNIVERSIDAD DE SEVILLA) 24.06.1999, página 12, líneas 11-16; página 20, línea 15 - página 25, línea 2; figura 2.	1-9
Y	CH 563807 A5 (BATELLE MEMORIAL INSTITUTE) 15.07.1975, columna 1, línea 1 - columna 3, línea 50; columna 4, líneas 19-54; columna 5, línea 46 - columna 6, línea 62; reivindicación 6; figura 2.	1-9
Y	FR 2776538 A1 (CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE CNRS) 01.10.1999, resumen; página 1, línea 1 - página 5, línea 14; página 8, línea 9 - página 12, línea 20; página 18, línea 14 - página 19, línea 22; figura 1.	1-9

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

O: referido a divulgación no escrita

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

A: refleja el estado de la técnica

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe 18.12.2002	Examinador A. Figuera González	Página 1/1
--	-----------------------------------	---------------